

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

To:

Assistant Commissioner for Patents United States Patent and Trademark Office Box PCT Washington, D.C.20231 ETATS-UNIS D'AMERIQUE

Date of mailing (day/month/year)
15 June 2000 (15.06.00)

International application No.
PCT/EP99/08779

International filing date (day/month/year)
15 November 1999 (15.11.99)

Applicant

SCHLESIGER, Hartwig

1.	The designated Office is hereby notified of its election made: X in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:
	19 May 2000 (19.05.00)
	in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:
2.	The election X was
	made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

Olivia RANAIVOJAONA

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

T 16

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

REC'D 1 6 JUL 2001
WIPO PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts	<u> </u>						
WW 5522-WO	WEITERES VORGEHEN	siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)					
Internationales Aktenzeichen	Internationales Anmeldedatum(Tag	/Monat/Jahr) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag)					
PCT/EP99/08779	15/11/1999	27/11/1998					
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder C08B11/20	nationale Klassifikation und IPK						
Anmelder							
WOLFF WALSRODE AKTIENGESE	ELLSCHAFT et al						
Dieser internationale vorläufige Prü Behörde erstellt und wird dem Anm	fungsbericht wurde von der mit d elder gemäß Artikel 36 übermittel	er internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten t.					
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt	6 Blätter einschließlich dieses D	Deckblatts.					
und/oder Zeichnungen, die geä	ndert wurden und diesem Bericht	sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen t zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser nd Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).					
Diese Anlagen umfassen insgesam	t Blätter.						
Dieser Bericht enthält Angaben zu f	olgenden Punkten:						
I ⊠ Grundlage des Berichts							
II □ Priorität							
III 🔲 Keine Erstellung eines 🤆	Gutachtens über Neuheit, erfinde	rische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit					
IV 🔲 Mangelnde Einheitlichk	eit der Erfindung						
V 🛛 Begründete Feststellung gewerblichen Anwendb	g nach Artikel 35(2) hinsichtlich d arkeit; Unterlagen und Erklärunge	er Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der en zur Stützung dieser Feststellung					
VI 🔲 Bestimmte angeführte U	Jnterlagen						
_	nternationalen Anmeldung						
VIII 🛚 Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung							
Datum der Einreichung des Antrags	Datum de	r Fertigstellung dieses Berichts					
19/05/2000	13.07.200	1					
Name und Postanschrift der mit der internation Prüfung beauftragten Behörde:	nalen vorläufigen Bevollmäd	htigter Bediensteter					
Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656	epmu d	N (1) Constant of the constant					
Fax: +49 89 2399 - 4465 Tel. Nr. +49 89 2399 8677							

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP99/08779

I.	Gri	undlage des B ric	hts State of the s						
1.	1. Hinsichtlich der Bestandteile der internationalen Anmeldung (<i>Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)): Beschreibung, Seiten:</i>								
	1-1	0	ursprüngliche Fassung						
	Pat	tentansprüche, Nr.	: :						
	1-9		ursprüngliche Fassung						
2.	die	internationale Anm	he: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der eldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern chts anderes angegeben ist.						
		Bestandteile stand gereicht; dabei hand	en der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache delt es sich um						
		die Sprache der Ü Regel 23.1(b)).	bersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nac						
		die Veröffentlichur	ngssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).						
		die Sprache der Ü ist (nach Regel 55	bersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worder .2 und/oder 55.3).						
3.			nternationalen Anmeldung offenbarten Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz ist die e Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:						
		in der international	len Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.						
		zusammen mit der	internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.						
		bei der Behörde na	achträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.						
		bei der Behörde na	achträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.						
			das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den alt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.						
			B die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen entsprechen, wurde vorgelegt.						
4.	Auf	grund der Änderung	gen sind folgende Unterlagen fortgefallen:						
		Beschreibung,	Seiten:						
		Ansprüche,	Nr.:						
		Zeichnungen,	Blatt:						

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP99/08779

5.	Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus der
	angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich
	eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen;sie sind diesem Bericht beizufügen).

- 6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:
- V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- 1. Feststellung

Neuheit (N)

Ja: Ansprüche 2,5,6,8,9

Nein: Ansprüche 1,3,4 und 7

Erfinderische Tätigkeit (ET)

Ja: Ansprüche

Nein: Ansprüche 2,5,6,8,9

1-9

Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)

Ja: Ansprüche

Nein: Ansprüche

2. Unterlagen und Erklärungen siehe Beiblatt

VIII. Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken: siehe Beiblatt

Zu Punkt V

Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

i , :

1. Zitierte Literatur

(a) Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

D1: US-A-5 480 984 D2: DE 15 43 116 A D3: DE 20 16 203 A

(b) In den folgenden Ausführungen wird Seite oder Spalte A, Zeile B bis C zitiert als A/B-C. Auch Leerzeilen werden als Zeilen gezählt.

2. Neuheit

- (a) Dokument D1 beschreibt im Beispiel 4 die Zugabe von 10,9 kg HEC zu einer auf 80 °C erhitzten wässrigen H₂O₂-Lösung (23,5 kg H₂O, 0,7 kg 50 %ige H₂O₂) und die Reaktion der Mischung bei 90-95 °C während ca. 7 h unter starken Rühren.
- (b) Es ist davon auszugehen, dass nach dieser langen Reaktionszeit mindestens ca. 90 % des H₂O₂ verbraucht ist.
- (c) Daher ist der Gegenstand der Ansprüche 1, 3, 4 und 7 nicht neu.

3. Erfinderische Tätigkeit

(a) Dokument D1 wird als nächstliegender Stand der Technik betrachtet, da es ebenfalls ein Verfahren zur Viskositätsminderung von Celluloseethern direkt nach der Veretherung betrifft (s. D1, 3/3-8).

- (b) Die stufenweise Zugabe von H₂O₂ gemäß <u>Anspruch 2</u> ist naheliegend aufgrund D1, 3/14-30 und Anspruch 3.
- (c) Die pH-Einstellung gemäß Anspruch 6 ist eine fachübliche Maßnahme (s. D2, Anspruch 3).
- (d) Der Gegenstand der Ansprüche 8 und 9 unterscheidet sich von der Offenbarung aus Beispiel 4 von D1 dadurch, dass
 - ein anderer Celluloseether eingesetzt wird, und zwar
 - in Form eines wasserfeuchten Filterkuchens.

Die Auswahl der Celluloseether gemäß Anspruch 8 und 9 ist naheliegend, da diese auch in D1 als bevorzugt beansprucht werden (s. D1, Ansprüche 2 und 4, insbesondere 5/54-56). Der Einsatz dieser Celluloseether als wasserfeuchter Filterkuchen - und somit auch der Gegenstand des vorliegenden Anspruchs 5 - wird nahegelegt in D2 (s. D2, 5/2-18).

(e) Auch Dokument D3 betrifft ein Verfahren zur Viskositätsminderung von Celluloseethern direkt nach der Veretherung. Folgende Stellen aus D3 erschienen relevant für die folgenden der vorliegenden Ansprüche:

Anspruch 1:

D3, Anspruch 1, Beispiel 1 und S. 6, 2. Absatz;

Anspruch 2:

D3, 6/10-13;

Anspruch 3:

D3, 3/6;

Anspruch 4:

D3, 6/3-5; Tabelle IV;

Anspruch 7:

D3, Beispiel 1.

Zu Punkt VIII

Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

1. Klarheit der Ansprüche

Der im <u>Anspruch 1</u> angegebene vage Bereich "mindestens **ca.** 90 %" macht den Anspruch unklar.

- 2. Knappe Fassung der Ansprüche (Art. 6 PCT)
 - (a) Die bevorzugten Merkmale in den Ansprüchen 4 bis 6, welche durch das Wort "vorzugsweise", "bevorzugt" oder dergleichen gekennzeichnet sind, stellen Merkmale dar, die den Gegenstand der Ansprüche nicht beschränken (s. PCT-Prüfungsrichtlinien III, 4.6). Daher sind diese Merkmale "offensichtlich belanglos oder unnötig" (Regel 9.1 iv) PCT). Aufgrund dieser überflüssigen Merkmale sind die Ansprüche nicht knapp gefaßt und erfüllen nicht die Erfordernisse des Artikels 6 PCT.
- (b) Der abhängige Anspruch 4 ist überflüssig, da er keine zwingenden Merkmale enthält, die ihn gegenüber den vorstehenden Ansprüchen einschränken.



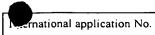
PATENT COOPERATION TREA

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference WW 5522-WO Pt		ification of Transmittal of International y Examination Report (Form PCT/IPEA/416)		
International application No. PCT/EP99/08779	International filing date (day/month/year) 15 November 1999 (15.11.99)	Priority date (day/month/year) 27 November 1998 (27.11.98)		
International Patent Classification (IPC) or CO8B 11/20	national classification and IPC			
Applicant	F WALSRODE AKTIENGESELL	SCHAFT		
This international preliminary ex- Authority and is transmitted to the	amination report has been prepared by that applicant according to Article 36.	is International Preliminary Examining		
2. This REPORT consists of a total of	sheets, including this cove	r sheet.		
been amended and are the	nied by ANNEXES, i.e., sheets of the descr pasis for this report and/or sheets containing n 607 of the Administrative Instructions und	rectifications made before this Authority		
These annexes consist of a	total of sheets.			
3. This report contains indications rel	ating to the following items:			
Basis of the repor	t			
II Priority				
III Non-establishmen	nt of opinion with regard to novelty, inventiv	e step and industrial applicability		
IV Lack of unity of i	nvention			
V Reasoned statement citations and exp	ent under Article 35(2) with regard to novelt anations supporting such statement	y, inventive step or industrial applicability;		
VI Certain documen	s cited			
VII Certain defects in	the international application			
VIII Certain observati	ons on the international application			
Date of submission of the demand	Date of completion	n of this report		
19 May 2000 (19.0:	5.00)	13 July 2001 (13.07.2001)		
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized office	Authorized officer		
Facsimile No.	Telephone No.			



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

PCT/EP99/08779

the international application as originally filed. the description, pages	nder Articl	t has been drawn o le 14 are referred to	in the basis of (in this report as	Replacement sheet "originally filed"	its which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation and are not annexed to the report since they do not contain amendments.):
pages		the international	application as	originally filed.	
pages	\boxtimes	the description,	pages	1-10	_, as originally filed,
pages	کا		pages		_, filed with the demand,
the claims, Nos. 1-9 , as originally filed, Nos. , as amended under Article 19. Nos. , filed with the demand, Nos. , filed with the letter of Nos. , filed with the letter of Nos. , filed with the letter of , as originally filed, sheets/fig , as originally filed, sheets/fig , filed with the demand, sheets/fig , filed with the letter of sheets/fig , filed with the letter of The amendments have resulted in the cancellation of: the description, pages , filed with the letter of the drawings, sheets/fig This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).			pages		, filed with the letter of
Nos, as amended under Article 19, Nos, filed with the demand, Nos, filed with the letter of			pages		, filed with the letter of
Nos, as amended under Article 19, Nos, filed with the demand, Nos, filed with the letter of	\square	the claims.	Nos.	1-9	, as originally filed,
Nos		••••••••••••••••••••••••••••••••••••••			
Nos					
the drawings, sheets/fig, as originally filed, sheets/fig, filed with the demand, sheets/fig, filed with the letter of The amendments have resulted in the cancellation of:					
sheets/fig, filed with the demand, sheets/fig, filed with the letter of sheets/fig, filed with the letter of sheets/fig, filed with the letter of The amendments have resulted in the cancellation of:					
sheets/fig, filed with the demand, sheets/fig, filed with the letter of sheets/fig, filed with the letter of sheets/fig, filed with the letter of The amendments have resulted in the cancellation of:		the drawings,	sheets/fig		, as originally filed,
sheets/fig, filed with the letter of					
sheets/fig, filed with the letter of			sheets/fig		, filed with the letter of
This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).					
the drawings, sheets/fig This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).					
the claims, Nos the drawings, sheets/fig This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).					
This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).		the claims,	Nos		
to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).		the drawings,	sheets/fig _		
	This to go	o beyond the discl	osure as filed,	'(some of) the ar as indicated in th	mendments had not been made, since they have been considered ne Supplemental Box (Rule 70.2(c)).
	.dditional	observations, ii ii			·
	dditional.	observations, if the			
	dditional.	observations, ii ti			
	dditional	observations, ii ti			
. ±	dditional	observations, ii ti			
	dditional	observations, ii ii			
	dditional	observations, ii ii			
	dditional	observations, ii ii			
	dditional	observations, ii ii			
	dditional	observations, ii ii			

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

V.	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability;
	citations and explanations supporting such statement

Statement			
Novelty (N)	Claims	2, 5, 6, 8, 9	YES
	Claims	1, 3, 4 and 7	NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	2, 5, 6, 8, 9	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

1. Citations

(a) This report makes reference to the following documents:

D1: US-A-5 480 984

D2: DE-A-15 43 116

D3: DE-A-20 16 203.

(b) In the following explanations, page or column A, lines B to C, is cited as A/B-C. Blank lines are also counted as lines.

2. Novelty

- (a) Document D1 describes in Example 4 the admixture of 10.9 kg HEC to an aqueous H_2O_2 solution heated to 80°C (23.5 kg H_2O , 0.7 kg 50°R H_2O_2), the mixture being then reacted at $90-95^{\circ}\text{C}$ during approximately 7 hours while it is strongly stirred.
- (b) It must be assumed that after this long reaction time at least approximately 90% of the $\rm H_2O_2$ are consumed.

(c) The subject matter of Claims 1, 3, 4 and 7 is therefore not novel.

3. Inventive step

- (a) Document D1 is considered the closest prior art, since it also concerns a method for reducing the viscosity of cellulose ethers immediately after etherification (see D1, 3/3-8).
- (b) The gradual admixture of H_2O_2 as per Claim 2 is obvious in view of D1 (see 3/14-30 and Claim 3).
- (c) The pH adjustment as per <u>Claim 6</u> is normal trade practice (see D2, Claim 3).
- (d) The subject matter of Claims 8 and 9 differs from the disclosure in Example 4 of D1 in that
 - another cellulose ether is used
 - in the form of a filter cake moistened with water.

The selection of cellulose ether as per Claims 8 and 9 is obvious, since this is also claimed as preferable in D1 (see D1, Claims 2 and 4, in particular 5/54-56). The use of these cellulose ethers as filter cakes moistened with water, and hence also the subject matter of the present <u>Claim</u> 5, is suggested by D2 (see D2, 5/2-18).

(e) Document D3 also concerns a method for reducing the viscosity of cellulose ethers immediately after etherification. The following passages of D3 appear to be relevant to the following present claims:

Claim 1: D3, Claim 1, Example 1 and page 6,

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

paragraph 2;

Claim 2: D3, 6/10-13;

Claim 3: D3, 3/6;

Claim 4: D3, 6/3-5; Table IV;

Claim 7: D3, Example 1.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Interest nal application No.
PCT/EP 99/08779

VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

1. Clarity of the claims

The vague range "at least approximately 90%" indicated in Claim 1 makes this claim unclear.

- 2. Conciseness of the claims (PCT Article 6)
- (a) The preferred features in Claims 4-6, which are specified by words such as "preferably", represent features which do not restrict the claimed subject matter (see PCT Guidelines, Chapter III, 4.6).

 Consequently, these features are "obviously irrelevant or unnecessary" (PCT Rule 9.1(iv)). Owing to these superfluous features, the claims are not concise and do not meet the requirements of PCT Article 6.
- (b) Dependent <u>Claim 4</u> is superfluous, since it does not contain any compelling features which restrict it in relation to the preceding claims.

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationales Büro INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE

INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 7:

C08B 11/20

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/32636

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

8. Juni 2000 (08.06.00)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP99/08779

(22) Internationales Anmeldedatum:

15. November 1999

(15.11.99)

(30) Prioritätsdaten:

198 54 770.6

27. November 1998 (27.11.98) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): WOLFF AKTIENGESELLSCHAFT WALSRODE D-29655 Walsrode (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHLESIGER, Hartwig [DE/DE]; Vogteistrasse 20, D-29683 Fallingbostel (DE).

(74) Anwalt: PETTRICH, Klaus-Günter; Bayer Aktiengesellschaft, D-51368 Leverkusen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF LOW-VISCOUS WATER-SOLUBLE CELLULOSE ETHERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG NIEDRIGVISKOSER WASSERLÖSLICHER CELLULOSEETHER

(57) Abstract

Disclosed is a method for producing low-viscuous water-soluble cellulose ethers by oxidative degradation of higher viscuous cellulose ethers with hydrogen peroxide. The higher viscuous cellulose ether is intensely mixed with an aqueous solution of hydrogen peroxide at temperatures of 65-125 °C. The mixing ratio is chosen in such a way that the quantity of hydrogen peroxide is 0.1-10 wt. % in relation to the dry cellulose ether, that the solids content of the mixture is not lower than 25 wt. % in relation to the whole quantity of the mixture and that the mixture is then kept in motion at temperatures of 65-125 °C until at least approximately 90 % of the hydrogen peroxide is used.

(57) Zusammenfassung

Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether durch oxidativen Abbau höherviskoser Celluloseether mit Wasserstoffperoxid, bei dem man den höherviskosen Celluloseether intensiv mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid bei Temperaturen von 65-125 °C mischt, wobei das Mischungsverhältnis so gewählt wird, daß der Gehalt an Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether, 01-10 Gew.-% beträgt, der Feststoffgehalt des Gemisches 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge des Gemischs, nicht unterschreitet und man das Gemisch dann bei Temperaturen von 65-125 °C, bis zum Verbrauch von mindestens ca. 90 % des Wasserstoffperoxides, bewegt hält.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

		700	o a stan	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AL	Albanien	ES	Spanien			SK	Slowakei
AM ⁻	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen		
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Ģabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungam	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	ΙT	Italien .	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
СН	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusceland	ZW	Zimbabwe
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen .		•
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan	•	
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether

5

10

30

Die technologischen Eigenschaften der Celluloseether hängen stark von der Viskosität ihrer Lösungen ab. Während hauptsächlich mittelviskose Celluloseether, d.h. solche mit mittlerem Molekulargewicht verarbeitet werden, haben jedoch auch hochund niedrigviskose Celluloseether Bedeutung erlangt.

Niedrigviskose Celluloseether, die im Vergleich zu mittel- und hochviskosen Celluloseethern auch ein niedriges Molekulargewicht haben, sind grundsätzlich auf zwei verschiedenen Wegen herstellbar. Entweder geht man von einer niedermolekularen Alkalicellulose aus und verethert diese, oder man baut einen fertigen Celluloseether ab bis zu dem gewünschten Molekulargewicht.

- Geht man von einer niedermolekularen Alkalicellulose aus und stellt hieraus durch Veretherung einen Celluloseether her, so wird der nachfolgende Reinigungsprozess erschwert. Der Celluloseether enhält einen erheblichen Kurzkettenanteil, welcher mit den Waschmedien stark quillt bzw. ausgewaschen wird.
- Der als zweite mögliche Methode erwähnte Abbau höhermolekularer Celluloseether zu niedermolekularen, niedrigviskosen Celluloseethern kann durch die Einwirkung von Oxidationsmitteln, wie z.B. Hypochlorit oder Wasserstoffperoxid erfolgen.
- Der oxidative Abbau höherviskoser Celluloseether kann im Anschluß an den Reinigungsprozeß durchgeführt werden. Somit werden Auswaschverluste und Schwierigkeiten während der Wäsche vermieden.

Nachstehend aufgelistete Schriften geben einen Überblick über die derzeit angewandten Verfahren zum Abbau höherviskoser Celluloseether nach der Veretherung und Wäsche: Die DE 2 016 203 von The Dow Chemical Co. beansprucht ein Verfahren zur Viskositätserniedrigung von Celluloseethern mit Wasserstoffperoxid. Bei diesem Verfahren wird ein im wesentlichen trockener, frei fließender Celluloseether mit einem Wassergehalt von weniger als 5 Gew.% mit 10 - 50%iger Wasserstoffperoxidlösung gemischt und die erhaltene Mischung auf 50 bis 150°C erhitzt.

5

10

15

20

25

30

Die DE 1 543 116 der Kalle AG beansprucht ein Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser Celluloseether durch oxidativen Abbau höherviskoser Celluloseether mit Wasserstoffperoxid. Dieses Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man einen höherviskosen Celluloseether mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid mischt, wobei der Wassergehalt des Gemisches 75 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, nicht überschreitet. Das Gemisch wird dann bei Temperaturen von 100°C - 250°C bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxids getrocknet. Der Verlust der Feuchtigkeit und des Wasserstoffperoxids verlaufen hierbei nahezu parallel der Abnahme der Viskosität.

Diesen Verfahren ist gemeinsam, daß direkt aus der Abbaureaktion ein niedrigviskoser Cellulosether in trockener Pulver- oder Granulatform resultiert. Entweder wird vor der Abbaureaktion getrocknet und bei nur geringen Feuchtegehalten gearbeitet, oder aus einem feuchten Produkt hin zu geringen Feuchtegehalten gearbeitet. Der Viskositätsverlust verläuft dann nahezu parallel dem Feuchtigkeitsverlust.

Aufgabe war es, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, welches die Viskositätseinstellung direkt nach der Wäsche des Celluloseethers so erlaubt, daß die nachfolgende Trocknung, Formgebung (Mahlung, Granulierung) und Abmischung nicht beeinflußt wird, und daß die Abbaureaktion nicht durch die nachfolgenden Verfahrensschritte Trocknung, Formgebung (Mahlung, Granulierung) und Abmischung beeinfluß wird.

Diese Aufgabe konnte dadurch gelöst werden, daß man einen höherviskosen wasserlöslichen Celluloseether, wie er nach der Wäsche vorliegt, mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid mischt, wobei der Trockengehalt des Gemisches

20

25

30

25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, nicht überschreitet. Das Gemisch wird dann bei Temperaturen von 65 - 125°C, vorzugsweise 75 - 100°C, bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxids bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

Durch diese Verfahren wird ein niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether erhalten. Überraschenderweise werden die nachfolgenden Verfahrenschritte zur Herstellung des verkaufsfertigen Celluloseethers wie Trocknung, Formgebung (Mahlung, Granulierung) und Abmischung nicht durch die Abbaureaktion beeinflußt. Der Feuchte- und Mahlgrad kann unabhängig von der Viskositätserniedrigung eingestellt werden.

Unter niedrigviskosen Celluloseethern sollen hier Celluloseether verstanden werden, deren 2 %ige wässrige Lösungen bei 20°C und einem Schergefälle von 2,55 s⁻¹ Viskositäten von 2 bis 400, insbesondere 2 bis 100 mPa*s aufweisen (Haake Rotovisko). Unter einem höherviskosen Celluloseether soll hier ein Celluloseether verstanden werden, dessen 2 %ige wässrige Lösungen bei 20°C und einem Schergefälle von 2,55 s⁻¹ eine Viskosität von 100 bis 100.000, vorzugsweise 400 bis 20.000 mPa*s, aufweist. Dabei beträgt die durch das erfindungsgemäße Verfahren bewirkte Viskositätserniedrigung im Endprodukt verglichen mit dem Ausgangsmaterial vorzugsweise mindestens 50 %, insbesondere mindestens 70 % und ganz besonders bevorzugt mindestens 98 %.

Als Ausgangsmaterial können ionische oder nichtionische Cellulosether dienen, wie vorzugsweise Carboxymethylcellulose, hydrophob modifizierte Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Sulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Sulfoethylcellulose, Hydroxyethylsulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylsulfoethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylcellulose, Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Methylhydroxyethylcellulose. Methylhydroxyethylcellulose, Hydroxypropylcellulose sowie Gemische oder Derivate davon. Als Ausgangsmaterial besonders bevorzugt sind Methylhydroxy-

30

ethylcellulose oder Methylhydroxypropylcellulose. Vorteilhaft kommen wasserfeuchte Filterkuchen dieser Celluloseether, wie sie nach der Wäsche und Separation vorliegen, zum Einsatz.

- Das Verfahren kann bequem in den üblichen Produktionsablauf der Herstellung eines Celluloseethers eingefügt werden. Das höherviskose Ausgangsmaterial wird nach der Wäsche bis zu einem Trockengehalt von 25 bis 80 Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht, abgeschleudert.
- Anschließend wird eine wässrige Lösung von Wasserstoffperoxid bei Temperaturen von 65 125°C, gegebenenfalls stufenweise, intensiv eingemischt, wobei das Mischungsverhälnis so gewählt wird, daß der Gehalt an Wasserstoffperoxid, bezogen auf die Trockensubstanz, 0,1 10 Gew.-% beträgt, der Trockengehalt des Gemisches 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge, nicht unterschreitet. Man hält das Gemisch dann bei Temperaturen von 65 125°C, bevorzugt Temperaturen von 75 100°C bis zum Verbrauch von mindestens ca. 90 %, vorzugsweise von mindestens 95 % des eingesetzten Wasserstoffperoxides, bewegt. Ganz besonders bevorzugt ist es, das Gemisch bis zum völligen Verbrauch des Wasserstoffperoxides bewegt zu halten. Die weiteren Verfahrensschritte wie Additivierung, Vernetzung mit Dialdehyden, Verdichtung, Trocknung und Mahlung können dann in gewohnter Weise durchgeführt werden.

Bevorzugt wird in dem Verfahren ein höhermolekularer Celluloseether mit einem Trockengehalt von 35 - 80 Gew.-%, besonders bevorzugt von 40 - 55 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmenge, eingesetzt.

Zum Abbau des höherviskosen Celluloseethers werden 0,1 bis 10 Gew.-% Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trocknen Celluloseether, eingesetzt, bevorzugt wird man mit 0,2 bis 2,5 Gew.-%, besonders bevorzugt mit 0,5 bis 1,8 Gew.-% Wasserstoffperoxid. bezogen auf den trockenen Celluloseether, arbeiten.

10

15

20

25

30

Aus der Abbaureaktion resultieren je nach Ausgangsmaterial Produkte, deren 2 gew.-%ige wässrige Lösungen saure pH-Werte von 3 bis 5 aufweisen. Es hat sich hier als sinnvoll erwiesen, vor, während oder nach der Abbaureaktion, in jedem Fall jedoch vor jedem weiteren Verarbeitungsschritt wie Trocknung oder Formgebung, die Einstellung des pH-Wertes der Produkte durchzuführen. Besonders gute Ergebnisse werden erzielt, wenn die Einstellung des pH-Werts nach der Abbaureaktion vorgenommen wird. Die Einstellung des pH-Werts wird mit wässrigen Lösungen von Salzen vorgenommen, die einen pH-Wert von 5 bis 12 besitzen und gegebenenfalls vollständig oder in Teilen das erforderliche Wasserstoffperoxid enthalten. Diese Lösungen werden in solchen Mengen dem Reaktionsgemisch zugesetzt, daß der pH-Wert des Gemischs nach der Zugabe auf größer 4,5, vorzugsweise auf 6 bis 7 eingestellt ist. Vorteilhafterweise werden wässrige Lösungen von Natriumdihydrogenphosphat, Dinatriumhydrogenphosphat, Trinatriumphosphat, Dinatriumcarbonat und Natriumhydrogencarbonat oder wässrige Lösungen von Gemischen dieser Salze eingesetzt. Ebenso können Alkalisalze schwacher Säuren wie insbesondere die der Zitronensäure oder Bernsteinsäure in Form von wässrigen Pufferlösungen eingesetzt werden.

Ein Vorteil des beanspruchten Verfahrens liegt darin, daß hier der eigentliche Molekulargewichtsabbau vollständig von einer nachfolgenden Trocknung entkoppelt ist.

Dieses hat den Vorteil, daß beliebige Trocknungsaggregate mit unterschiedlichen
Verweilzeitverhalten der zu trocknenden Celluloseetherpartikeln eingesetzt werden
können, ohne daß ein Einfluß auf die Abbaureaktion eintritt. Des weiteren ist nur ein
Aggregat, der Mischer, in welchem die Abbaureaktion durchgeführt wird, von den
korrosiven Eigenschaften des eingetragenen Wasserstoffperoxids betroffen. Insbesondere ist es möglich, Additive und Modifikatoren im Anschluß an die Abbaureaktion, jedoch vor der Trocknung in den lösungsmittelfeuchten (z.B. wasserfeuchten)
Celluloseether, einzutragen. Hier sei speziell die Gruppe der Dialdehyde (wie z.B.
Glyoxal) erwähnt. Diese Verbindungen werden zur Herstellung lösungsverzögerter
Celluloseether eingesetzt. Ihr Einsatz zusammen mit dem für die Abbaureaktion
benötigten Wasserstoffperoxid verbietet sich aufgrund ihrer Oxidationsempfind-

lichkeit. Auch ist es möglich, nach der Abbaureaktion und vor der Trocknung oligomere oder polymere oxidationsempfindliche Substanzen (z.B. Polysaccharide, Polysaccharidether, Polyvinylalkohol, Polyester, Polyamide) einzumischen.

5 Die nachfolgenden Beispiele sollen die vorliegende Erfindung weiter erläutern.

Beispiele 1-4

Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 24,2 - 30,5 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 7.5 - 14.8 % und einem Feuchtegehalt von 50 - 53 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s⁻¹ (Haake Rotovisko), wurden mit 800 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Das so erhaltene Gemisch wurde 6 Stunden bei 75°C bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

Die jeweils angewandte Wasserstoffperoxidmenge, die Ausgangsviskosität und die Endviskosität ist aus der Tabelle zu entnehmen. Die Mengenangaben beziehen sich auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose.

15

10

5.

Lfd. Nr.	Ausgangsvis-	H ₂ O ₂ Zugabe	'Endviskosität
	kosität (mPa*s)	Gew%	(mPa*s)
1	7.100	0,5	134
2	7.100	1,0	70
3	7.100	1,5	21
4	400	1,5	6

Beispiele 5-7

Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 21,4 - 26,1 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 5,9 - 9,8 % und einem Feuchtegehalt von 52 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s⁻¹ (Haake Rotovisko), wurden mit 500 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Die angewandte

Wasserstoffperoxidmenge betrug 1 Gew.-%, bezogen auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose. Das so erhaltene Gemisch wurde bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxid bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

Die jeweiligen Reaktionstemperaturen, Reaktionszeiten, die Ausgangsviskositäten und die Endviskositäten sind aus der Tabelle zu entnehmen.

Lfd. Nr.	Ausgangsvis-	Endviskosität	Reaktionstem-	Reaktionszeit
	kosität (mPa*s)	(mPa*s)	peratur (°C)	(h)
5	6.000	40	75 -	6
6	6.000	34	85	5
7	6.000	36	95	3

10 Beispiele 8-10

15

20

25

Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 21,4 - 26,1 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 5,9 - 9,8 % und einem Feuchtegehalt von 52 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s⁻¹ (Haake Rotovisko), wurden mit 500 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Das so erhaltene Gemisch wurde 3 Stunden bei 95°C bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxid bewegt gehalten und anschließend mit 250 ml einer wässrigen Löung von Dinatriumhydrogenphosphat und Dinatriumcarbonat besprüht und weitere 60 Minuten gemischt. Anschließend wurde getrocknet.

Die jeweiligen Ausgangsviskositäten und die Endviskositäten, die angewandten Mengen an Dinatriumhydrogenphosphat und Dinatriumcarbonat, sowie die pH-Werte 2 gew.-%iger Lösungen der Produkte und die angewandte Wasserstoffperoxid-

menge sind aus der Tabelle zu entnehmen. Die Mengenangaben beziehen sich auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose.

Lfd. Nr.	Ausgangsvis-	Endvis-	Dinatrium-	Dinatrium-	pH-Werte	H ₂ O ₂ -
	kosität	kosität	hydrogen-	carbonat	2 gew%iger	Zugabe
	(mPa*s)	(mPa*s)	phosphat	(Gew%)	wässriger	(Gew-%)
			(Gew.%)		Lösungen	
8	6.000	36	0,25	0,2	5,6	1,0
9	6.000	29	0,25	0,3	5,9	1,0
10	6.000	19	0,25	0,5	5,0	1,5

Beispiele 11-12

5

10

15

Jeweils 5 kg Methylhydroxyethylcellulose mit einem Gehalt an Methoxygruppen von 24,2 - 30,5 % und einem Gehalt an Hydroxyethoxygruppen von 7,5 - 14,8 % und einem Feuchtegehalt von 50 - 53 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge und mit einer in der folgenden Tabelle angegebenen Viskosität, gemessen an 2 gew.-%igen wässrigen Lösungen bei 20°C bei einem Schergefälle von 2,55 s⁻¹ (Haake Rotovisko), wurden mit 800 ml wässriger Wasserstoffperoxidlösung besprüht. Die angewandte Wasserstoffperoxidmenge betrug 1,5 Gew.-% bezogen auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose. Zusätzlich enthielt die Wasserstoffperoxidlösung 0,5 Gew.-% (bezogen auf die trockene Methylhydroxyethylcellulose) Trinatriumcitrat. Das so erhaltene Gemisch wurde 5 Stunden bei 90°C bis zum Verbrauch des Wasserstoffperoxid bewegt gehalten und anschließend getrocknet.

Die jeweiligen Ausgangsviskositäten und die Endviskositäten sowie die pH-Werte 2 gew.-%iger Lösungen der Produkte sind aus der Tabelle zu entnehmen.

Lfd. Nr.	Ausgangsvis-	Endviskosität	pH-Werte 2 gew%iger
-	kosität (mPa*s)	(mPa*s)	wässriger Lösungen
11	400	30	4,8
12	7.100	90	4,7

30

Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether durch oxidativen Abbau höherviskoser Celluloseether mit Wasserstoffper5 oxid, dadurch gekennzeichnet, daß man den höherviskosen Celluloseether intensiv mit einer wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid bei Temperaturen von 65 125°C mischt, wobei das Mischungsverhälnis so gewählt wird, daß der Gehalt an Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether 0,1 10 Gew.-% beträgt, der Feststoffgehalt des Gemisches 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge des Gemischs, nicht unterschreitet und man das Gemisch dann bei Temperaturen von 65 125°C, bis zum Verbrauch von mindestens ca. 90 % des Wasserstoffperoxides bewegt hält.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung mit
 der wässrigen Lösung von Wasserstoffperoxid stufenweise erfolgt.
 - Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gemisch bei Temperaturen von 75 100°C bewegt hält.
- 4. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß 0,1 bis 10 Gew.-% Wasserstoffperoxid, bezogen auf den trockenen Celluloseether, bevorzugt 0,2 bis 2,5 Gew.%, besonders bevorzugt 0,5 bis 1,8 Gew.-%, eingesetzt werden.
 - 5. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein höhermolekularer Celluloseether mit einem Festtoffgehalt von 35 80 Gew.-%, bevorzugt 40 55 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge aus Celluloseether und Lösungsmittel, eingesetzt wird.

- 6. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man vor, während oder vorzugsweise nach der Abbaureaktion durch Mischen mit einer wässrigen Lösung, die einen pH von 5 bis 12 hat und gegebenenfalls das erforderliche zur Abbaureaktion Wasserstoffperoxid gelöst enthält, den pH Wert des Gemisches auf größer 4,5, vorzugsweise 6 bis 7, einstellt.
- Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem wasserlöslichen Celluloseether um Carboxymethylcellulose, hydrophob modifizierte Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcarboxymethylcellulose, Sulfoethylcellulose, hydrophob modifizierte Sulfoethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylsulfoethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, hydrophob modifizierte Hydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Hydroxypropylcellulose oder Gemische davon handelt.
- 8. Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem wasserlöslichen Celluloseether um Methylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, hydrophob modfizierte Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Hydroxypropylcellulose oder Gemische davon handelt und wasserfeuchte Filterkuchen dieser Celluloseether, wie sie nach der Wäsche und Separation vorliegen, zum Einsatz kommen.
- Verfahren zur Herstellung niedrigviskoser wasserlöslicher Celluloseether nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem wasserlöslichen Celluloseether um Methylhydroxyethylcellulose oder Methylhydroxypropylcellulose handelt und wasserfeuchte Filterkuchen der

Celluloseether, wie sie nach der Wäsche und Separation vorliegen, zum Einsatz kommen.

INTERNATIONALE. RECHERCHENBERICHT

onales Aktenzeichen PCT/EP 99/08779

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 C08B11/20

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 CO8B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 480 984 A (ANGERER JOHN D ET AL) 2. Januar 1996 (1996-01-02) Seite 3, Zeile 3-30; Anspruch 3; Beispiel	1-4,7
Υ	4	5,6,8,9
Y	DE 15 43 116 A (KALLE AG) 31. Juli 1969 (1969-07-31) in der Anmeldung erwähnt Seite 5, Zeile 2-18; Ansprüche 1-3 Seite 7, Zeile 1,2	5,6,8,9
A	DE 20 16 203 A (DOW CHEMICAL CO.) 8. Oktober 1970 (1970-10-08) in der Anmeldung erwähnt Seite 6; Anspruch 1; Beispiel 1; Tabelle IV Seite 3, Zeile 6	1-4,7
		·
	-/	

Siehe Annang Patentfamille

- Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen
- "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweielhaft er-scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung,
- verbilentatung, die schladt eine findikalen Onerbaurg, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erlindung zugrundellegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden Theorie angegeben ist
- Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erlindung kann nicht als auf erlinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelliegend ist
- "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

10/02/2000

Fax: (+31-70) 340-3016

2. Februar 2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31~70) 340~2040, Tx. 31 651 epo nl.

Bevollmächtigter Bediensteter

Radke, M

INTERNATIONALER KECHERCHENBERICHT

Inte onales Aktenzeichen
PCT/FP 99/08770

	PCT/EP 99	/08779		
C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Kategone Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betracht kommenden Teile Betracht kommenden Teile				
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.		
A	DE 30 09 149 A (KOHJIN CO) 24. September 1981 (1981-09-24) Beispiele 23,24,27			
A	GB 953 944 A (ICI) Beispiel 17			
	±			
		,		
	·			
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
·				

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie genoren

Interpretable in

Im Recherchenberic ngeführtes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5480984	Α	02-01-1996	AT 167488 T	15-07-1998
•			AU 650273 B	:
•			AU 8023191 A	
		•	CA 2046089 A	
			DE 69129608 D	23-07-1998
•			DE 69129608 T	15-10-1998
			EP 0465992 A	
			JP 2108432 C	
			JP 4306245 A	
			JP 8009680 B	31-01-1996
DE 1543116	Α	31-07-1969	BE 681669 A	28-11-1966
			CH 461455 A	
			FR 1481493 A	17-08-1967
		•	GB 1139637 A	
		•	LU 51202 A	
			NL 6606972 A	30-11-1966
DE 2016203	Α	08-10-1970	GB 1251019 A	27-10-1971
			JP 48019232 B	
	- · 		US 3728331 A	
DE 3009149	A	24-09-1981	KEINE	
GB 953944	Α		KEINE	

INTEL ATIONAL SEARCH REPORT

.ional Application No PCT/EP 99/08779

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 CO8B11/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
X	US 5 480 984 A (ANGERER JOHN D ET AL) 2 January 1996 (1996-01-02) page 3, line 3-30; claim 3; example 4	1-4,7		
Υ		5,6,8,9		
Y	DE 15 43 116 A (KALLE AG) 31 July 1969 (1969-07-31) cited in the application page 5, line 2-18; claims 1-3 page 7, line 1,2	5,6,8,9		
A	DE 20 16 203 A (DOW CHEMICAL CO.) 8 October 1970 (1970-10-08) cited in the application page 6; claim 1; example 1; table IV page 3, line 6	1-4,7		

Further documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family members are listed in annex.
 Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority ctaim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed 	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention carnot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 2 February 2000	Date of mailing of the international search report 10/02/2000
Name and making address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL = 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx: 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Radke, M

INTERNALIONAL SEARCH REPORT

Interior ional Application No PCT/EP 99/08779

0.40		PCT/EP 99	/08779			
	Atlnuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category -	Citation of document, with indication where appropriate, of the relevant passages		Relevant to claim No.			
A	DE 30 09 149 A (KOHJIN CO) 24 September 1981 (1981-09-24) examples 23,24,27					
١ .	GB 953 944 A (ICI) example 17					
		·				
		·				
			·			
			·			
	•					
	•					
	(continuation of serving shad) Lab. 1980)					

INTERN JONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Inte conal Application No
PCT/EP 99/08779

Patent document cited in search repo	rt	Publication date		Patent family member(s)	Publication date
US 5480984	Α	02-01-1996	AT	167488 T	15-07-1998
			AU	650273 B	16-06-1994
			AU	8023191 A	16-01-1992
			CA	2046089 A	03-01-1992
			DE	69129608 D	23-07-1998
			DE	69129608 T	15-10-1998
			EΡ	0465992 A	15-01-1992
			JP	2108432 C	06-11-1996
	•		JP	4306245 A	29-10-1992
			JP	8009680 B	31-01-1996
DE 1543116	Α	31-07-1969	BE	681669 A	28-11-1966
			CH	461455 A	20 11 1900
			FR	1481493 A	17-08-1967
			GB	1139637 A	1, 00 150,
			LU	51202 A	21-02-1968
			NL	6606972 A	30-11-1966
DE 2016203	Α	08-10-1970	GB	1251019 A	27-10-1971
			JP	48019232 B	12-06-1973
			บร	3728331 A	17-04-1973
DE 3009149	A	24-09-1981	NONE	-	
GB 953944	Α	~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~	NONE		